

**Б. А. Советов, А. С. Юровских\***

Уральский федеральный университет  
имени первого Президента России Б. Н. Ельцина, г. Екатеринбург

\*a.s.yurovskikh@urfu.ru

Научный руководитель — доц., канд. техн. наук А. С. Юровских

## **ФАЗОВЫЕ ПРЕВРАЩЕНИЯ В АЗОТИРОВАННОМ ЖЕЛЕЗНОМ ПОРОШКЕ ПРИ НАГРЕВЕ В АТМОСФЕРЕ АЗОТА**

В работе методом терморентгенографии проведено исследование фазовых превращений, протекающих в азотированном железном порошке при нагреве в атмосфере азота.

*Ключевые слова:* терморентгенография, фазовые превращения, азотирование, нитриды, порошковые материалы.

**B. A. Sovetov, A. S. Yurovskikh**

## **PHASE TRANSFORMATIONS IN NITRIDED IRON POWDER ON HEATING IN A NITROGEN ATMOSPHERE**

Phase transformation in nitrided iron powder during heating in nitrogen atmosphere was studied by means of non-ambient XRD.

*Key words:* non-ambient XRD, phase transformations, nitrides, powder materials.

Система Fe—N известна достаточно давно в связи с высокой распространенностью операции азотирования на производстве, однако по-прежнему остается объектом пристального интереса исследователей в силу ряда причин, среди которых можно выделить необходимость уточнения фазовой диаграммы Fe—N в области низких/средних температур и неравновесных условий, а также возможность практического использования монофазных нитридов железа, в частности метастабильной  $\alpha''$ -Fe<sub>16</sub>N<sub>2</sub> фазы [1].

Наиболее перспективным методом получения материалов с высоким содержанием азота является сочетание твердофазного азотирования металлических порошков и технологий порошковой металлургии. Практическое использование азотированных порошков предполагает

их термическую обработку, например, спекание. Разработка и оптимизация режима термической обработки невозможна без знания фазовых превращений, протекающих в материале при нагреве.

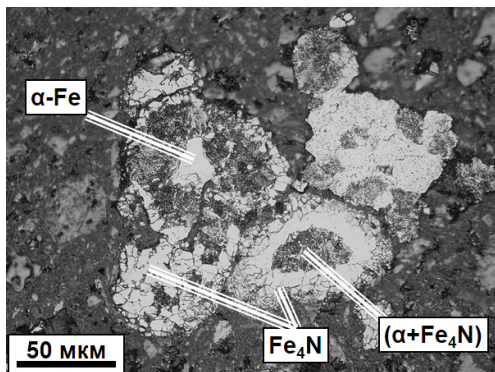
Одним из немногих прямых методов изучения фазовых превращений является терморентгенография. Метод терморентгенографии основан на съемке рентгеновских дифрактограмм с образца, помещенного в специальную камеру, позволяющую нагревать (охлаждать) образец до необходимой температуры. Данный подход позволяет задействовать все возможности метода рентгеноструктурного анализа, такие как определение типа и доли фаз в образце. Получаемые термодифрактограммы позволяют однозначно определить характер протекающих в образце фазовых изменений и наглядно отразить их динамику.

В более ранних исследованиях [2, 3] протекание фазовых превращений в порошке системы Fe–N было рассмотрено при нагреве в вакууме; цель настоящей работы — рассмотреть аналогичные процессы при нагреве порошка в атмосфере азота, также являющегося распространенной защитной атмосферой для операций термообработки. Полученные ранее данные позволяют ожидать существенного изменения картины фазовых превращений.

В качестве материала использовался восстановленный до практически чистого железа порошок дробленого чугуна с развитой поверхностью и фракционным составом 50...200 мкм, подвергнутый операции азотирования в среде диссоциированного аммиака на установке с виброкипящим слоем при температуре 610 °С в течение 3 часов. Полученный в результате материал по данным рентгеноструктурного анализа содержал: 57 вес. % —  $\alpha$ -Fe; 39 вес. % —  $\gamma'$ -Fe<sub>4</sub>N нитрида и до 4 вес. %  $\varepsilon$ -Fe<sub>2-3</sub>N нитрида. В структуре частиц (рис. 1, а) можно выделить зерна и оболочки  $\gamma'$ -Fe<sub>4</sub>N нитрида, зерна феррита, двухфазные области эвтектидного распада ( $\alpha + \gamma'$ ). Оболочек  $\varepsilon$ -фазы на поверхности частиц, как правило, не наблюдается вследствие ее механического отслаивания при обработке в кипящем слое. Содержание азота в порошке по результатам обобщения данных микрорентгеноспектрального и количественного рентгенофазового анализов составило порядка 4 вес. %

Терморентгенографические исследования материала проводились на дифрактометре Bruker D8 Advance с температурной камерой AntonPaar НТК1200N в вакууме в диапазоне температур 30–950 °С с шагом в 10 °С. Скорость нагрева до каждой заданной температуры составляла 30 °С/мин, а длительность съемки дифрактограммы на каждом шаге составляла 20 мин, что дает среднюю скорость нагрева порядка 0,4 °С/мин (рис. 1, б).

а



б

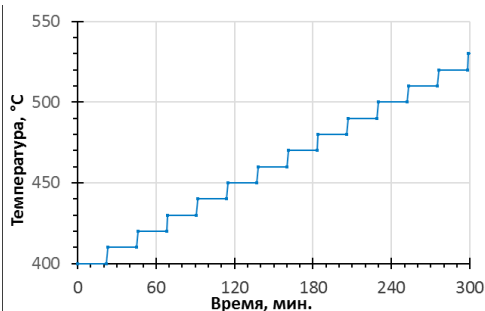


Рис. 1. Микроструктура азотированных частиц (а); режим нагрева при терморентгенографии (фрагмент) (б) [2]

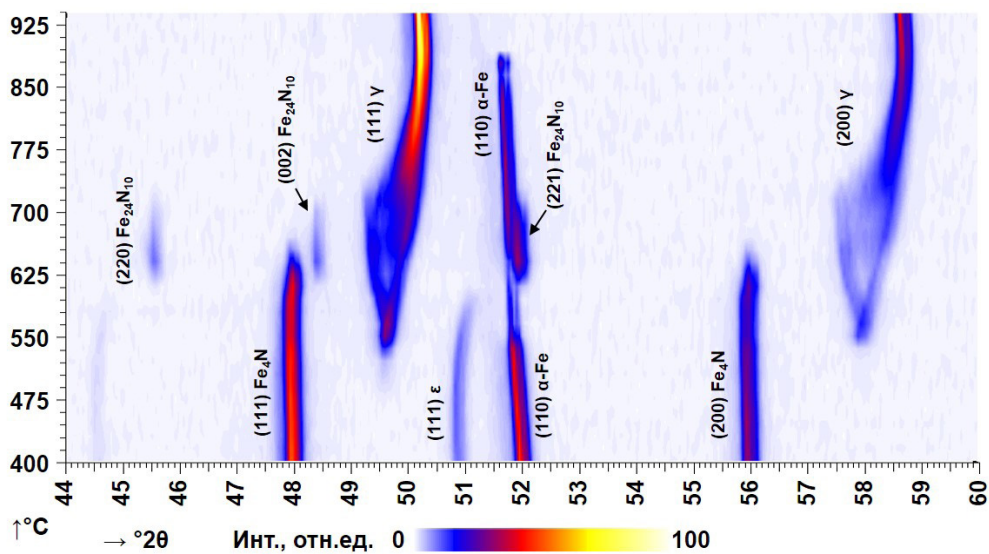
На рис. 2 представлены термодифрактограммы азотированного порошка. В обоих случаях до температуры 400 °С фазовые изменения отсутствуют; дальнейший нагрев приводит к существенному смещению линий  $\epsilon$  — фазы, свидетельствуя о снижении периода решетки вследствие начавшегося перераспределения азота.

Нагрев азотированного порошка в атмосфере азота (рис. 2, б) сопровождается фазовыми превращениями, аналогичными случаю нагрева в вакууме, однако существенно изменяются их температурные интервалы. Кроме того, вследствие наличия остаточного кислорода в атмосфере камеры начиная с 430 °С на дифрактограммах фиксируются линии магнетита  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ . Образование  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  идет на имеющихся в структуре азотированных частиц областях  $\alpha$ -фазы.

Температура начала характерных  $(\alpha + \gamma') \rightarrow \gamma_{\text{N}}$ ;  $(\gamma + \gamma') \rightarrow \epsilon\text{-Fe}_{24}\text{N}_{10}$  составляет 580 °С и 670 °С (аналогичные превращения при нагреве в вакууме зафиксированы при 490 °С и 610 °С соответственно — рис. 2, а), что практически соответствует равновесной диаграмме Fe–N, имеющейся в литературных данных. Также в структуре начиная с температуры 580 °С наблюдаются линии фазы FeO. В условиях недостатка кислорода доля данной фазы существенно не увеличивается при последующем нагреве; также не зафиксировано образование гематита  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ .

Нагрев в атмосфере азота является наиболее перспективным для термической обработки азотированных железных порошков как обеспечивающий наибольшие температурные интервалы существования нитридных фаз.

*a*



*б*

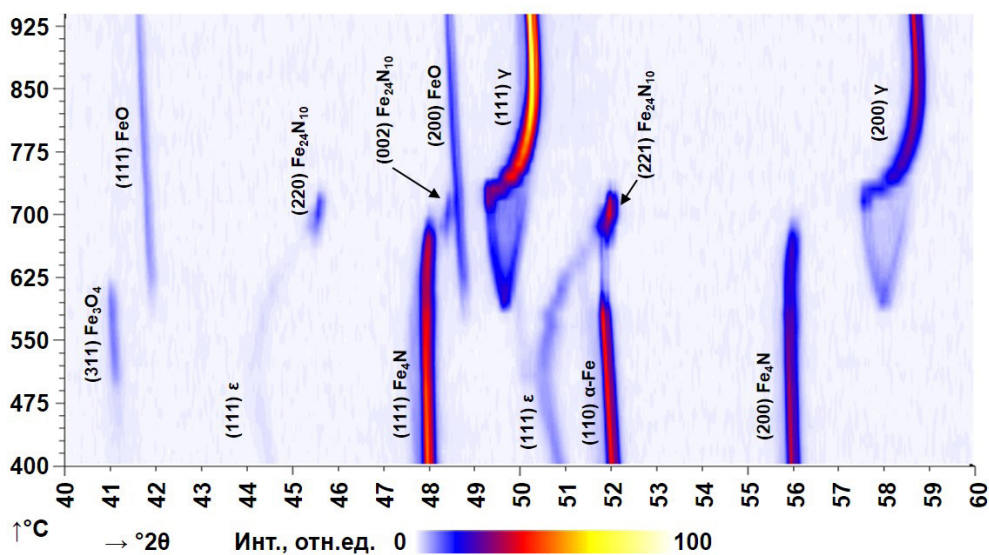


Рис. 2. Термодиффрактограммы азотированного порошка при нагреве в различных атмосферах:

*a* — вакуум [2]; *б* — азот

## ЛИТЕРАТУРА

- 1 Kim T. K., Takahashi M. New magnetic material having ultrahigh magnetic moment // Appl. Phys. Lett. 20. 1972. P. 492–494.
- 2 Шамсутдинова Д. А., Юровских А. С. Использование метода терморентгенографии для изучения фазовых превращений в порошках Fe–N // Сборник материалов и докладов XVII Междунар. науч.-техн. Уральской школы-семинара металлургов — молодых ученых. 2016.
- 3 Юровских А. С., Кардонина Н. И., Колпаков А. С. Фазовые превращения в азотированных порошках железа // Металловедение и термическая обработка металлов. 2015. № 8 (722). С. 59–66.